WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6:

B01J 19/00, B01F 13/08

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/20965

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:

22. Mai 1998 (22.05.98)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/CH97/00431

(22) Internationales Anmeldedatum:

13. November 1997

(13.11.97)

A1

(30) Prioritätsdaten:

2811/96

13. November 1996 (13.11.96) CH

(71)(72) Anmelder und Erfinder: DÖBELIN, Werner [CH/CH]; LabSource, Zihlackerstrasse 4, CH-4153 Reinach (CH).

(74) Anwalt: BRAUN, André; Braun & Partner, Reussstrasse 22, CH-4054 Basel (CH).

(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, ARIPO Patent (GH, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: REACTION CHAMBER SYSTEM FOR CHEMICAL SYNTHESIS OR RELATED APPLICATIONS

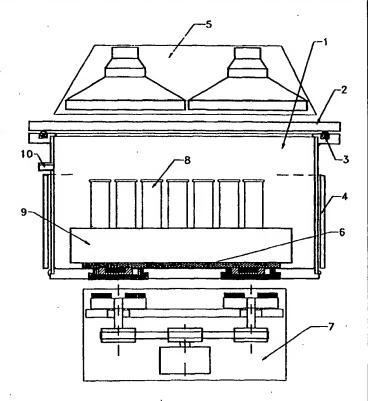
(54) Bezeichnung: REAKTIONSKAMMERSYSTEM FÜR DIE CHEMISCHE SYNTHESE ODER VERWANDTEANWENDUNGEN

(57) Abstract

In a reaction chamber is located a platform for receiving individual samples and sample racks. The reaction chamber can be heated, cooled and evacuated. The samples are then radiation heated. The sample platform is shaken by magnetic coupling. The individual sample containers/reaction containers may be filled or emptied in use through ducts. The system has applications in the field of chemical combinatory synthesis, as evaporator or for related applications.

(57) Zusammenfassung

In einer Reaktionskammer befindet sich eine Plattform zur Aufnahme einzelner Proben und Probenracks. Die Reaktionskammer kann geheizt, gekühlt und unter Vakuum gesetzt werden. Die Heizung der Proben erfolgt dann über Strahlung. Die Probenplattform wird mittels Magnetkopplung geschüttelt. Die einzelnen Probengefässe/Reaktionsgefässe können während des Betriebs über Leitungen gefüllt oder geleert werden. Das System findet Verwendung im Bereich der chemischen kombinatorischen Synthese, als Verdampfer oder für verwandte Anwendungen.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

ı								
	AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
l	AM	Armenica	И	Finnland	LT	Litauen	SK	Słowakei
l	AT	Österreich	FR	Prankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
ŀ	AU	Australien	GA	Gabon	LV	Lettland	SZ	Swasiland
I	AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD.	Tschad
l	BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
۱	BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
Į	BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
١	BF	Burkina Paso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
l	BG	Bulgarien	HU	Ungam	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
ı	BJ	Benin	IE	Irland	MIN	Mongolei	UA	Ukraine
ı	BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
ı	BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von
I	CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika
I	CF.	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
ı	CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
ı	CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
1	CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neuseeland	zw	Zimbabwe
Ì	CM	Kamerun		Korea	PL	Polen	•	
ı	CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
ı	CU	Kuba	KZ.	Kasachstan	RO	Rumānien		
ı	CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
1	DE	Deutschland	IJ	Liechtenstein	SD	Sudan		
ļ	DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
	EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		
					•			

WO 98/20965 PCT/CH97/00431

Reaktionskammersystem für die chemische Synthese oder verwandte Anwendungen

Einleitung

Die Erfindung betrifft ein Reaktionskammersystem, mit dem gleichzeitig mehrere flüssige oder in Flüssigkeit gelöste, aggressive oder gefährliche Proben bearbeitet werden können.

Bei der gleichzeitigen Bearbeitung von mehreren Proben treten Probleme auf, welche bisher noch nicht zufriedenstellend gelöst sind.

Aggressive oder gefährliche Proben werden meist einzeln abgearbeitet. Bekannte Systeme wie Vakuumzentrifugen bedürfen spezieller Probenracks und sind nur für einzelne Bearbeitungsschritte (z.B. Trocknen) geeignet. Dies ist mit einer Reihe von Nachteilen verbunden.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Reaktionskammersystem anzugeben, mit dem gleichzeitig mehrere Proben bearbeitet werden und mehrere Bearbeitungsschritte automatisch erfolgen können wie dies beispielsweise in der kombinatorischen chemischen Synthese benötigt wird.

Erfindungsgemäss wird dies gelöst durch ein Reaktionskammersystem der eingangs genannten Art, das sich auszeichnet durch eine Reaktionskammer mit einer Plattform zur Aufnahme einzelner Probengefässe, einen ausserhalb der Reaktionskammer angeordneten und mit der Plattform magnetisch gekoppelten Schüttelantrieb. Zweckmässigerweise ist die Reaktionskammer gegenüber den Proben resistent, sowie vakuum- und temperaturbeständig. Vorzugsweise sind ausserhalb der Kammer Heizstrahler zum Heizen der Proben angeordnet. Ausserdem sind vorzugsweise Mittel zum Füllen und Entleeren von Probengefässen während des Betriebs vorhanden.

Im Folgenden wird anhand der beiliegenden Zeichnungen ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel der Erfindung beschrieben. Es zeigen

Fig. I: eine schematische Darstellung eines Reaktionkammersystems

Fig. II: Schüttelantriebsystem wie dies im System nach Fig. I zum Einsatz kommt

Fig. III: eine einzelne Magnetkopplungseinheit wie sie im System nach Fig. II zum Einsatz kommt.

Wie Fig. I zeigt, ist eine Reaktionskammer 1 von oben durch eine Glasplatte 2 verschlossen mit einer Dichtung 3 abgedichtet und durch eine Mantelheizung 4 geheizt. Zusätzlich kann der Innenraum der Reaktionskammer mit einem Infrarotstrahler 5 geheizt werden. Eine Schüttelplatte 6 in der Reaktionskammer 1 wird mit einem Schüttelantrieb 7 getrieben. Der Aufbau des Schüttelantriebs ist in Fig. II und III detailliert gezeigt. Probengefässe 8 werden in einem Probenrack 9 positioniert und auf der Schüttelplatte 6 montiert. Alternativ können Probenrack 9 und die Schüttelplatte 6 aus einer Einheit bestehen. Ueber Anschlüsse 10 können elektrische-, Entlastungs-, Gas-, Vakuum-, Lösungsmittel-, Reagenzien- und Sensor-Leitungen in die Reaktionskammer 1 geführt werden. Die Anschlüsse 10 und die Mantelheizung 4 sind in Fig. I grob schematisch gezeigt. Selbstverständlich sind sie gemäss dem Stand der Technik ausgebildet. Auch die Dichtung 3, die Glasplatte 2 sowie der Infrarotstrahler 5 werden nicht näher beschrieben weil sie entsprechend dem einschlägigen Stand der Technik ausgeführt sind.

Wie Fig. II zeigt, ist die Schüttelplatte 6 mit Lagerzapfen 11 fest verbunden. Im Boden 13 der Reaktionskammerboden sitzen Lagerschalen 12. Unterhalb der Lagerschalen 12 ist die Reaktionskammer 1 durch die Glaseinsätze 14 verschlossen. Der Schüttelantrieb 7 mit Treibern 16 befindet sich ausserhalb der Reaktionskammer 1 und wird von einem Motor 15 angetrieben.

Die an der Schüttelstelle 6 montierten Lagerzapfen 11 stehen in den Lagerschalen 12. Pro Schüttelplatte 6 werden mindestens drei Lagerzapfen 11 mit entsprechenden Lagerschalen 12 benötigt. Die Auslenkung der Schüttelbewegung ist durch die Durchmesserdifferenz, um die der Lagerzapfen 11 kleiner ist, als der Innendurchmesser der Lagerschale 12, gegeben. Die Schüttelplatte 6 beschreibt somit eine Kreisbewegung. Um eine hohe Schüttelfrequenz

erreichen zu können sind die elektrischen nicht leitenden Glaseinsätze 14 in dem sonst metallischen Reaktionskammerboden 13 eingesetzt, damit keine Bremswirkung durch Wirbelströme erfolgt. Treibermagnete 18/19 berühren die Glaseinsätze 14 nicht.

Wie Fig. III zeigt, ist ein Schüttlermagnet 20 im Lagerzapfen 11 eingeschlossen und dadurch mit der Schüttelplatte 6 fest verbunden. Die Lagerschale 12 und der Glaseinsatz 14 sitzen im Reaktionskammerboden 13 zwischen den Treibermagneten 18/19 und dem Schüttelmagnet 20.

Der Schüttelmagnet 20 wird, bedingt durch die Wahl der Polarisierung, vom Treibermagnet 18 angezogen und vom Treibermagnet 19 abgestossen.

Die Reibung auf der Grundfläche in der Lagerschale 12 und der Stirnseite des Lagerzapfens 11 ist abhängig von der zu schüttelnden Gesamtmasse und der Magnetkraft.

Mit zunehmender Drehzahl der Treibermagneten 18/19 wird der Schüttelmagnet 20 nachgezogen. Er befindet sich nicht mehr in der optimalen Position über dem anziehenden Treibermagnet 18. Als Folge kommt der Schüttelmagnet 20 dem abstossenden Treibermagneten 19 näher. Dadurch verringert sich die Reibung in der Lagerschale 12, was die Erhöhung der Tourenzahl begünstigt.

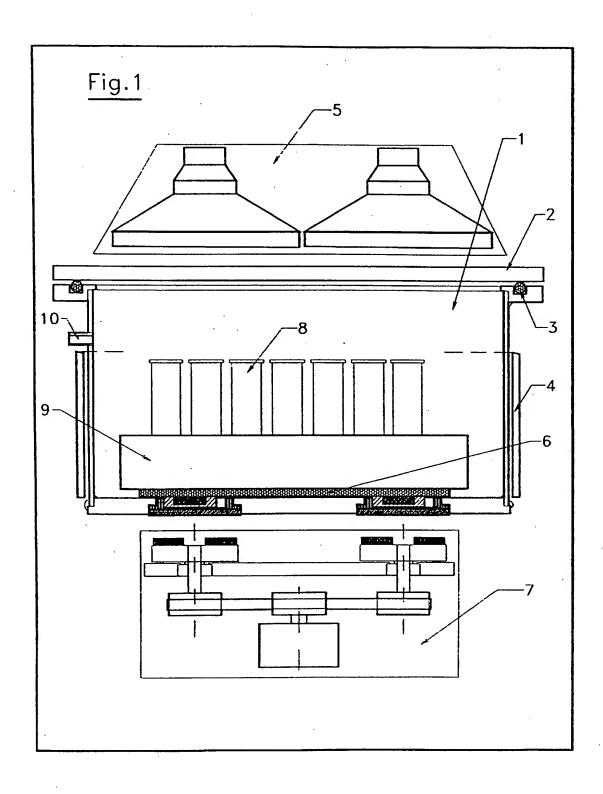
Patentansprüche

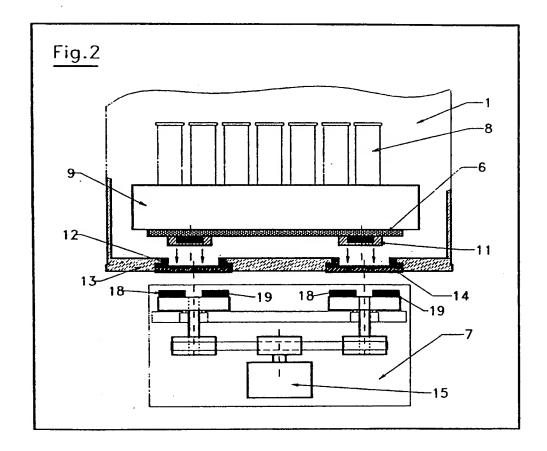
- 1. Reaktionskammersystem zur gleichzeitigen Bearbeitung mehrerer flüssiger oder in Flüssigkeit gelöster, aggressiver oder gefährlicher Proben, gekennzeichnet durch eine Reaktionskammer (1) mit einer Plattform (6) zur Aufnahme einzelner Probengefässe (8), einen ausserhalb der Reaktionskammer angeordneten und mit der Plattform magnetisch gekoppelten Schüttelantrieb (12, 15-19).
- Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kammer (1) gegenüber aggressiven Proben resistent, sowie vakuum- und temperaturbeständig ist.
- 3. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch ausserhalb der Kammer (1) angeordnete Heizstrahler.
- 4. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch Leitungsanschlüsse (10) zum Füllen und Entleeren der Probengefässe (8) während des Betriebes.
- 5. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Schüttelantrieb mehrere rotierende synchronlaufende Treiber (16) mit Treibermagneten (18/19) aufweist und dass die Plattform (6) mit fixierten Lagerzapfen (11) mit integrierten Schüttelmagneten (20) versehen ist.
- Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch elektrisch nicht leitende
 Einsätze (14), die die Wirbelstrombremswirkung im Magnetkopplungsbereich verhindern.
- 7. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen den Schüttelmagneten (20) abstossenden Treibermagneten (19) zur Minderung der Reibung bei steigender Schüttelgeschwindigkeit.
- 8. Reaktionskammer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Plattform (6) ohne mechanische Verriegelung eingesetzt wird.

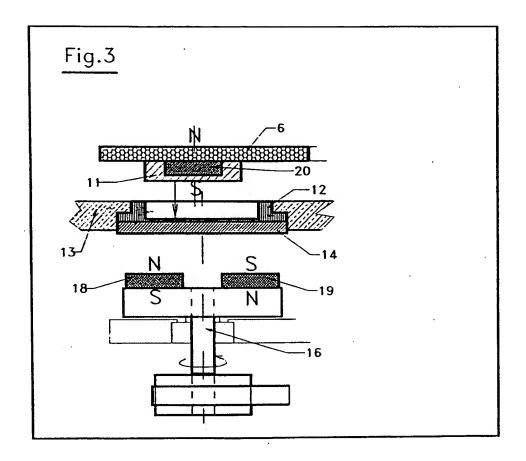
WO 98/20965 PCT/CH97/00431

5

Verwendung eines Systems nach einem der Ansprüche 1 - 8, gekennzeichnet durch den Einsatz im Bereich der chemischen kombinatorischen Synthese, als Verdampfer oder für verwandte Anwendungen.







INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. .donal Application No PCT/CH 97/00431

		PC1/CH 9/	7/00431	
A. CLASSI IPC 6	FICATION OF SUBJECT MATTER B01J19/00 B01F13/08			
According to	o International Patent Classification(IPC) or to both national clas	sification and IPC		
B. FIELDS	SEARCHED			
Minimum do IPC 6	currentation searched (classification system followed by classifi B01J B01F	ication symbols)		
Documenta	tion searched other than minimum documentation to the extent the	nat such documents are included in the fields so	earched	
Electronic d	ata base consulted during the international search (name of dat	a base and, where practical, search terms used	ŋ	
C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category ·	Citation of document, with indication, where appropriate, of the	e relevant passages	Relevant to claim No.	
Α	US 4 925 629 A (WILFRIED SCHRA 1990 see abstract see column 4, line 45 – column see figure 2		1,8,9	
A	US 3 622 128 A (HANS GEISNER) 1971 see the whole document	23 November	1,2,5-8	
A	DE 37 23 004 A (BOEHRINGER ING 26 January 1989 see abstract see column 3, line 40 - line 4 see column 3, line 61 - column see figures	6	1,2,4,8,	
		-/		
		,	·	
X Furt	ther documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed	in annex.	
	ategories of cited documents : ent defining the general state of the art which is not	"T" later document published after the int or priority date and not in conflict wit	h the application but	
consi	dered to be of particular relevance document but published on or after the international	cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to		
which citatio	ent which may throw doubts on priority claim(s) or is cited to establish the publicationdate of another in or other special reason (as specified) ent referring to an oral disclosure, use, exhibition or	"Y" document of particular relevance: the cannot be considered to involve an indocument is combined with one or n	locument is taken alone claimed invention inventive step when the	
other "P" docum	means ent published prior to the international filing date but than the priority date claimed	ments, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family		
Date of the	actual completion of theinternational search	Date of mailing of the international se	earch report	
4	February 1998	12/02/1998		
Name and	mailing address of the ISA European Patent Office. P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk	Authorized officer	×	
	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Stevnsborg, N		

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Jonal Application No PCT/CH 97/00431

0.40		rti/th 9/	
C.(Continu	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate. of the relevant passages		Relevant to claim No.
Jalegory			
A	WO 96 33010 A (ONTOGEN CORPORATION) 24 October 1996 see abstract see page 25, line 11 - line 30 see figures 1,13		1,3,8,9
A	US 5 302 347 A (F.M. VAN DEN BERG & H.H. VOLKENS) 12 April 1994 see abstract; figure		. 3
	·		
	·		
	•		-

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

int. .donal Application No PCT/CH 97/00431

Patent document cited in search report.	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4925629 A	15-05-90	NONE	
US 3622128 A	23-11-71	CH 513060 A	30-09-71
	•	DE 2041618 A	25-02-71
		FR 2059639 A	04-06-71
		GB 1257588 A	22-12-71
	·	SE 357444 B	25-06-73
		US 2516655 A	25-07-50
	* .	US 2774803 A	18-12-56
		US 3088716 A	07-05-63
DE 3723004 A	26-01-89	DE 8717464 U	29-12-88
WO 9633010 A	24-10-96	US 5609826 A	11-03-97
		AU 5486996 A	07-11-96
		EP 0821619 A	04-02-98
US 5302347 A	12-04-94	NL 9000481 A	16-09-91
		AU 7493091 A	18-09-91
•		EP 0539375 A	05-05-93
		JP 5503466 T	10-06-93
		WO 9112888 A	05-09-91

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Im ationales Aktenzeichen PCT/CH 97/00431

		rci/ch 9	//00431
a. klassii IPK 6	FIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES B01J19/00 B01F13/08		
		Wheelers and deal DM	
	ternationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klass	sincation and deriph	
	RCHIERTE GEBIETE ter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole	9)	
IPK 6	B01J B01F		
Recherchier	rte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, sow	reit diese unter die recherchierten Gebie	e fallen
			·
Während de	er internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Na	ume der Datenbank und evti. verwendet	e Suchbegriffe)
C. ALS WE	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe	der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Α	US 4 925 629 A (WILFRIED SCHRAMM) 1990	15.Mai	1,8,9
	siehe Zusammenfassung siehe Spalte 4, Zeile 45 - Spalte 34	5, Zeile	
	siehe Abbildung 2		
Α	US 3 622 128 A (HANS GEISNER) 23.	November	1,2,5-8
	siehe das ganze Dokument		
Α	DE 37 23 004 A (BOEHRINGER INGELH 26.Januar 1989	EIM KG)	1,2,4,8,
	siehe Zusammenfassung siehe Spalte 3, Zeile 40 - Zeile	46	
	siehe Spalte 3, Zeile 61 - Spalte 60	4, Zeile	
	siehe Abbildungen		
	_	/	
	itere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu nehmen	X Siehe Anhang Patenttamilie	
"A" Veröffs	re Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen entlichung, die den allgemeinen Stand der Technik deliniert. nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach d oder dem Prioritätsdatum veröffentl Anmeldung nicht kollktiert, sondern Erfindung zugrundeliegenden Prinz	icht worden ist und mit der nur zum Verständnis des der
Anma "L" Veröffe	s Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen ekdedatum veröffentlicht worden ist entlichung, die geeignet ist. einen Prioritätsanspruch zweifelhalt er-	Theorie ängegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Be kann allein aufgrund dieser Veröffe	deutung; die beanspruchte Erfindung ntlichung nicht als neu oder auf
ande soll o	inen zu lässen. Oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer ren im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden der die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie	kann nicht als auf erfinderischer Tä	deutung; die beanspruchte Erfindung igkeit beruhend betrachtet
"O" Veröff eine "P" Veröff	eführt) lentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht entlichung, die vor dem internationalen Armetdedatum, aber nach beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	werden, wenn die Veröffentlichung Veröffentlichungen dieser Kategorie diese Verbindung für einen Fachma "&" Veröffentlichung, die Mitglied dersel	in Verbindung gebracht wird und Inn naheliegend ist
	Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen	Recherchenberichts
	4.Februar 1998	12/02/1998	
Name und	Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2	Bevollmächtigter Bediensteter	
	NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040. Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Stevnsborg, N	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Int .tionales Aktenzeichen
PCT/CH 97/00431

Kategorie*	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich umter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 96 33010 A (ONTOGEN CORPORATION)	1,3,8,9
	24.0ktober 1996	
	siehe Zusammenfassung siehe Seite 25, Zeile 11 – Zeile 30	
	siehe Abbildungen 1,13	
		,
A	US 5 302 347 A (F.M. VAN DEN BERG & H.H. VOLKENS) 12.April 1994	3
	siehe Zusammenfassung; Abbildung	
	*	
	•	
	·	
	, '	
	·	
	·	
	·	
	*	
	*	

1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Ints onales Aktenzeichen
PCT/CH 97/00431

Im Recherchenbericht ngeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4925629 A	15-05-90 KEINE		
US 3622128 A	23-11-71	CH 513060 A	3009-71
		DE 2041618 A	25-02-71
		FR 2059639 A	04-06-71
	•	GB 1257588 A	22-12-71
		SE 357444 B	25-06-73
		US 2516655 A	25-07-50
		US 2774803 A	18-12-56
		US 3088716 A	07-05-63
DE 3723004 A	26-01-89	DE 8717464 U	29-12-88
WO 9633010 A	24-10-96	US 5609826 A	11-03-97
		AU 5486996 A	07-11-96
		EP 0821619 A	04-02-98
US 5302347 A	12-04-94	NL 9000481 A	16-09-91
00 0000017 71		AU 7493091 A	18-09-91
		EP 0539375 A	05-05-93
		JP 5503466 T	10-06-93
	•	WO 9112888 A	05-09-91